

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

B3

**Procédé de fabrication d'articles d'épaisseur relativement faible en acier à haute teneur en aluminium u analogue****Patent number:** FR1391659**Publication date:** 1965-03-12**Inventor:** BELLOT JEAN; HERZOG EUGENE; HUGO MICHEL; MESSAGER CHRISTIAN**Applicant:** COMMISSARIAT ENERGIE ATOMIQUE;; POMPEY ACIERIES**Classification:****- international:****- european:** C23C2/12; C23C10/28**Application number:** FR19610865634 19610621**Priority number(s):** FR19610865634 19610621

Abstract not available for FR1391659

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
 MINISTÈRE DE L'INDUSTRIE  
 SERVICE  
 de la PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

# BREVET D'INVENTION

P.V. n° 865.634

Classification internationale



C 23 c

**Procédé de fabrication d'articles d'épaisseur relativement faible en acier à haute teneur en aluminium ou analogue.** (Invention : Eugène HERZOG, Christian MESSAGER, Jean BELLOT et Michel HUGO.)

SOCIÉTÉ DES ACIÉRIES DE POMPEY et COMMISSARIAT A L'ÉNERGIE ATOMIQUE résidant : la 1<sup>re</sup> en France (Meurthe-et-Moselle) ; le 2<sup>e</sup> en France (Seine).

(Demande de brevet déposée au nom de SOCIÉTÉ DES ACIÉRIES DE POMPEY.)

**Demandé le 21 juin 1961, à 16<sup>h</sup> 11<sup>m</sup>, à Paris.**

Délivré par arrêté du 1<sup>er</sup> février 1965.

(*Bulletin officiel de la Propriété industrielle*, n° 11 de 1965.)

(*Brevet d'invention dont la délivrance a été ajournée en exécution de l'article 11, § 7, de la loi du 5 juillet 1844 modifiée par la loi du 7 avril 1902.*)

La présente invention a essentiellement pour objet un procédé de fabrication d'articles d'épaisseur relativement faible en acier à haute teneur en aluminium ou analogue.

On sait que la transformation par forgeage et laminage des alliages fer-aluminium coulés en lingots est pratiquement impossible, même à chaud, dès que la teneur en aluminium dépasse 16 % en poids. Dans l'état actuel des connaissances on ne peut éviter l'apparition des criques, dès les premiers stades de la déformation, et ce, quelles que soient la température et la nature du traitement mécanique appliquée au métal.

Les difficultés d'élaboration et de transformation limitent donc l'emploi de ces alliages qui pourtant présentent de très intéressantes propriétés : propriétés magnétiques, électriques, densité, perméabilité aux neutrons. L'utilisation d'alliages titrant plus de 15 % d'aluminium pour la fabrication de tôles minces pour transformateurs et de gainages pour combustibles nucléaires n'a pu être développée du fait des propriétés structurales très particulières de ces alliages. En effet, la texture, la structure à gros grains et la présence de composés intermétalliques provoquent la « décohésion » du métal à la moindre sollicitation mécanique, et ôtent toute possibilité de le rendre utilisable sous forme de produits laminés.

Le procédé conforme à l'invention permet de remédier à cet état de choses. Il est remarquable notamment en ce qu'on part d'une ébauche obtenue en fer ou en un acier pratiquement exempt d'aluminium, mais ayant la teneur recherchée en tous autres éléments constitutifs, et on y introduit l'aluminium par diffusion à chaud.

Suivant une autre caractéristique de l'inven-

tion, l'ébauche précitée présente approximativement la forme finale voulue de l'article et est obtenue, par exemple, par laminage ou forgeage.

Selon encore une autre caractéristique de l'invention, on commence par revêtir l'ébauche d'une couche d'aluminium ou analogue, et on la soumet à une opération de diffusion à chaud.

Suivant encore une autre caractéristique de l'invention, le poids de la couche d'aluminium correspond au moins à celui nécessaire à réaliser la teneur finale de l'article terminé.

En effet, la demanderesse a découvert qu'il était possible de constituer des alliages, sous forme de produits minces, titrant de 8 à 25 % d'aluminium sans avoir à passer par l'état fondu.

L'alliage peut être obtenu au cours des opérations suivantes :

1<sup>o</sup> Un produit, par exemple forgé ou laminé, en fer ou acier, d'épaisseur appropriée, est recouvert d'une quantité déterminée d'aluminium, de façon que le rapport des poids de fer et d'aluminium corresponde sensiblement à la composition de l'alliage recherché;

2<sup>o</sup> Le produit est soumis à un traitement de diffusion dont le résultat est une homogénéisation obtenue par pénétration de l'aluminium dans la masse;

3<sup>o</sup> Si besoin est, l'alliage fer-aluminium obtenu par diffusion est laminé dans des conditions permettant d'améliorer ses propriétés mécaniques.

Le recouvrement d'aluminium peut être réalisé de diverses façons. La plus simple est l'immersion dans un bain d'aluminium fondu, de préférence maintenu à température constante.

La durée de l'immersion est très courte et n'excède guère un nombre réduit de minutes.

Cette durée peut varier entre 2 et 30 minutes environ. La température du bain d'aluminium est maintenue à un degré empêchant la dissolution de l'acier, par exemple entre 665 et 750 °C.

La durée de la diffusion varie en sens inverse de la température utilisée pour cette diffusion.

La température de diffusion est située par exemple entre 850 et 1 250 °C, tandis que la durée correspondante du traitement peut varier entre 1/2 et 20 heures.

Différents facteurs permettent de régler la teneur en aluminium de l'alliage que l'on désire préparer :

Epaisseur, composition chimique et état structural de la pièce immergée;

Température et composition du bain;

Durée d'immersion.

On a découvert que la dissolution du produit laminé dans le bain, qui est préjudiciable à la bonne conduite de l'opération de recouvrement, en ne permettant qu'une durée d'immersion très courte, pouvait être considérablement diminuée par utilisation d'un fer pur ou d'un acier ayant tout son carbone fixé par une addition de Ti, Zr, Nb, ou tout autre élément fixateur de carbone.

L'utilisation d'un tel acier à carbone fixé permet d'obtenir un dépôt d'aluminium et une diffusion de l'aluminium dans le fer, extrêmement réguliers.

Il va de soi que l'épaisseur du revêtement, la durée et la température du traitement de diffusion sont choisis en fonction de l'épaisseur de l'article traité, de sa teneur finale en aluminium et de sa composition chimique.

Après le traitement de diffusion, l'article peut être soumis à un décapage ayant pour but de faire disparaître les traces d'oxyde formées à sa surface.

On a constaté que les alliages de diffusion présentaient des facultés de déformation à chaud plus importantes que celles des alliages de fonderie de titre équivalent. Alors que les alliages coulés en lingots sont indéformables à toute température dès que la teneur en Al dépasse 16 %, les alliages de l'invention titrant de 10 à 25 % d'aluminium peuvent être laminés à chaud sans difficulté. On a ainsi découvert que le laminage modifiait la cristallisation des alliages de diffusion et augmentait considérablement leurs possibilités de déformation.

L'invention vise également à titre de produits industriels nouveaux, les divers articles finis ou semi-finis, obtenus suivant le procédé précité, et en particulier, mais non exclusivement, des articles forgés ou laminés titrant 8 à 30 % d'aluminium.

Dans ce qui suit on va décrire, à titre non limitatif, quelques exemples et détails de réalisation.

Dans les dessins annexés :

Les figures 1 et 2 montrent l'aspect micrographique au grossissement 250 d'une coupe de deux aciers après immersion dans un bain d'aluminium;

La figure 3 montre l'aspect de cristallisation sur une coupe au grossissement 100 d'un acier à 20 % Al après le traitement de diffusion;

La figure 4 montre l'aspect de cristallisation en surface au grossissement 100 sur un alliage à 20 % Al après le traitement de diffusion et laminage;

La figure 5 montre le même acier en coupe au grossissement 250.

Dans le cas de la figure 1 on avait utilisé un acier doux contenant 0,08 % de carbone, et on l'avait immergé pendant 3 minutes à 700 °C dans un bain d'aluminium technique.

La figure 2 est relative à un acier ayant la même teneur en carbone, mais contenant en plus 0,45 % de titane.

Ainsi qu'il a été spécifié plus haut, cette addition de titane permet de fixer le carbone et d'obtenir, par la suite, une diffusion plus régulière de l'aluminium.

Suivant les indications qui figurent ci-dessus, l'homogénéisation par diffusion est obtenue par un chauffage, de préférence, à 900 ou 1 000 °C, dont la durée est conditionnée par l'épaisseur de l'échantillon et la teneur désirée en aluminium. À titre d'exemple, l'homogénéisation complète d'un produit ayant une épaisseur de 0,3 mm, titrant 20 % d'aluminium, nécessite un traitement de 12 heures à 900 °C, ou de 1 heure à 1 000 °C. La parfaite homogénéité, après traitement de diffusion, est mise en évidence par la régularité de la microdureté mesurée à différentes profondeurs et en divers points de l'alliage obtenu par diffusion.

Les alliages obtenus suivant l'invention présentent une cristallisation basaltique très particulière. Les cristaux sont fins et allongés dans la direction suivant laquelle a progressé la diffusion. La figure 3 au grossissement 100 montre l'aspect de la cristallisation sur une coupe effectuée dans un alliage obtenu par diffusion, à 20 % d'aluminium.

La figure 4, qui a été prise à un grossissement de 100, montre l'aspect de la cristallisation en surface, dans le cas d'un alliage obtenu après traitement de diffusion, conforme à l'invention, et contenant 20 % d'aluminium. Cet alliage a été laminé de 0,3 à 0,1 mm après la diffusion qui a été opérée à 1 000 °C.

En ce qui concerne la figure 5, elle montre à un grossissement de 250 une coupe d'un alliage de même nature et ayant subi le même traitement que celui de la figure 4.

Il semble inutile de commenter ces figures qui sont suffisamment explicites.

Les alliages obtenus au moyen du traitement de diffusion conforme à l'invention ont des facultés de déformation relativement réduites à la température ambiante. Par contre, elles présentent une bonne ductilité à partir de 600 °C.

On a découvert que la faculté de déformation pouvait être améliorée par un traitement de décapage qui élimine les amores de rupture, en débarrassant le métal de sa couche d'oxyde superficielle.

Dans ce qui suit, on va donner un exemple, non limitatif, d'un cycle complet de fabrication.

Le but est d'obtenir un produit se présentant sous la forme d'une feuille mince de 0,1 mm d'épaisseur au moyen d'un alliage de fer contenant 24 % d'aluminium.

Le produit de départ a été un feuillard de 0,15 mm d'épaisseur ayant la composition suivante :

Carbone 0,08 % - Manganèse 0,50 % - Silicium 0,20 % - Phosphore 0,02 % - Soufre 0,01 % - Chrome 0,2 % - Molybdène 0,2 % - Titane 0,5 %.

Ce feuillard a été soumis successivement aux opérations suivantes :

1° Décapage par les moyens habituellement utilisés à cet effet;

2° Zingage, également par des moyens courants;

3° Immersion pendant 10 minutes dans un bain d'aluminium technique pur à environ 675 °C;

4° Chauffage à l'air du feuillard retiré du bain d'aluminium pendant 1 heure à 1 000 °C;

5° Laminage à 1 000 °C entre deux plaques d'acier inoxydable en vue d'obtenir une épaisseur de 0,11 mm en trois passes;

6° Décapage pendant 2 minutes à 80 °C dans un bain ayant la composition volumique suivante :

PO <sub>4</sub> H <sub>3</sub> .....	75 %
SO <sub>4</sub> H <sub>2</sub> .....	20 %
NO <sub>3</sub> H .....	5 %

L'alliage obtenu en définitive, soumis à l'analyse avait la composition suivante :

Carbone 0,07 % - Manganèse 0,42 % - Silicium 0,15 mm - Aluminium 24,1 % - Titane 0,40 %.

Les impuretés constituées par le soufre et le phosphore étaient inchangées.

Cet alliage soumis à des essais de traction avait donné les résultats suivants :

Température d'essai	E	R	A
	kg/mm <sup>2</sup>	kg/mm <sup>2</sup>	%
20 °C .....	17,7	26,6	1,4
500 °C .....	14,7	22,4	2,6
600 °C .....	14,2	22,0	4,8
700 °C .....	8,8	12,9	15,0

Bien entendu, l'invention n'est nullement limitée ni au mode de réalisation ni aux exemples décrits qui n'ont été donnés qu'à titre purement indicatif.

## RÉSUMÉ

L'invention a essentiellement pour objets :

I. Un procédé de fabrication d'articles d'épaisseur relativement faible en acier à haute teneur en aluminium ou analogue, remarquable notamment, par les caractéristiques suivantes, considérées séparément ou en combinaison :

a. On part d'une ébauche obtenue en fer ou en acier pratiquement exempt d'aluminium, mais ayant la teneur recherchée en tous autres éléments constitutifs, et on y introduit l'aluminium par diffusion à chaud;

b. L'ébauche précitée présente approximativement la forme finale voulue de l'article, et est obtenue par exemple par laminage ou forgeage;

c. On commence par revêtir l'ébauche d'une couche d'aluminium ou analogue, et on la soumet à une opération de diffusion à chaud;

d. Le poids de la couche d'aluminium correspond au moins à celui nécessaire à réaliser la teneur finale de l'article terminé;

e. L'épaisseur du revêtement, la durée et la température du traitement de diffusion sont choisies en fonction de l'épaisseur de l'article traité, de sa teneur finale en aluminium et de sa composition chimique;

f. Après le traitement de diffusion, l'article est soumis à un décapage ayant pour but de faire disparaître les traces d'oxyde formées à sa surface;

g. Le revêtement est obtenu par exemple par immersion dans un bain d'aluminium;

h. La durée de l'immersion est très courte et n'excède guère un nombre réduit de minutes;

i. La dissolution de l'article au cours de cette immersion peut être considérablement réduite en employant un fer pur ou un acier ayant le carbone fixé par incorporation de métaux tels que Ti, Zr, Nb, ou analogue;

j. La durée de l'immersion précitée peut varier entre 2 et 30 minutes;

k. La température du bain d'aluminium est maintenue à un degré empêchant la dissolution de l'acier, par exemple entre 665 ° et 750 °C;

l. La durée de la diffusion varie en sens inverse de la température utilisée pour cette diffusion;

m. La température de diffusion est située par exemple, entre 850 et 1 250 °C, tandis que la durée correspondante du traitement peut varier entre 1/2 et 20 heures;

n. Après la diffusion, l'article est laminé ou forgé.

II. A titre de produits industriels nouveaux,

[1.391.659]

— 4 —

les divers articles finis ou semi-finis, obtenus suivant le procédé précité, et en particulier, mais non exclusivement, des articles forgés ou laminés titrant 8 à 30 % d'aluminium.

SOCIÉTÉ DES ACIÉRIES DE POMPEY

Par procuration :

Z. WEINSTEIN

---

Pour la vente des fascicules, s'adresser à l'IMPRIMERIE NATIONALE, 27, rue de la Convention, Paris (15<sup>e</sup>).

N° 1.391.659

Société des Aciéries de Pompey 2 planches. - Pl. I  
et Commissariat à l'Energie Atomique  
Demande déposée par Société des Aciéries de Pompey

FIG1

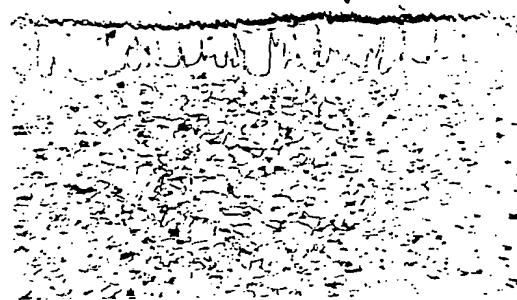
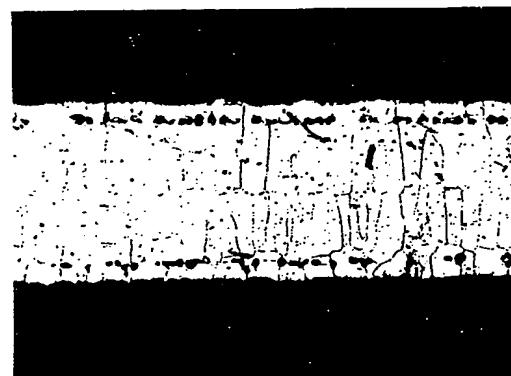


FIG2



FIG3



N° 1.391.659

Société des Aciéries de Pompey 2 planches. - Pl. II  
et Commissariat à l'Energie Atomique

Demande déposée par Société des Aciéries de Pompey

FIG4

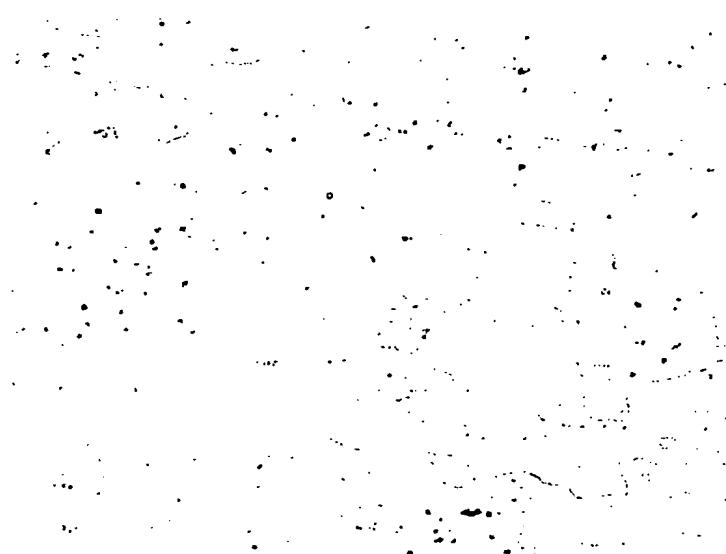


FIG5

